

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑪特許出願公開
昭53—37686

⑤Int. Cl.²
C 07 D 201/04

識別記号

⑫日本分類
16 E 538.1

庁内整理番号
6347—44

⑬公開 昭和53年(1978)4月6日
発明の数 1
審査請求 未請求
(全 2 頁)

⑭ε-カプロラクタムの製造方法

⑯特 願 昭52—110049

⑰出 願 昭52(1977)9月14日

優先権主張 ⑱1976年9月15日⑲西ドイツ国
(DE)⑳P2641381.0

㉑発明者 オットー・インメル
ドイツ連邦共和国デー415クレ
フエルト・インメンホフベク26
同 アンドレ・ド・ジャガー
カナダ国ポストコードジエイ7
エイ1シー9ロゼメル・イル
ベライアーイスト227
同 ペルントーウルリツヒ・カイザ

㉒発明者 ハンスーヘルムート・シユバル
ツ
ドイツ連邦共和国デー415クレ
フエルト・ラターストラツセ90
㉓出願人 バイエル・アクチエンゲゼルシ
ヤフト
ドイツ連邦共和国レーフェルク
ーゼン(番地なし)
㉔代理人 弁理士 小田島平吉

最終頁に続く

明 細 書

1 発明の名称

ε-カプロラクタムの製造方法

2 特許請求の範囲

1 シクロヘキサノンオキシムの蒸留から残分
を反応中に液体で導入し、且つ液状オキシムの量
の5～500倍の気体状のシクロヘキサノンオキ
シムおよび液状オキシムの量の少なくとも50倍
の量の不活性ガスの存在において反応を進行する
ことを特徴とする、酸化ホウ素を含有する流動床
触媒上の気相における転位によるシクロヘキサノ
ンオキシムからのε-カプロラクタムの製造方法。

2 不活性ガスは酸素である特許請求の範囲第
1項記載の方法。

8 発明の詳細な説明

シクロヘキサノンオキシムは、残留物の生成な
しでは蒸留することができない。

暗色の不純シクロヘキサノンオキシムから成る、
かなりの量の蒸留残分が生成する。これらの残分
は、それ以上精製することができないので、一般
に廃棄される。

シクロヘキサノンオキシムからのε-カプロラ
クタムの製造のための公知の一方は、酸化ホウ
素を含有する触媒の存在における気相においての
転位に基づいている。大規模な製造においては一般
に流動床反応器が用いられる。たとえば酸素の
ような不活性ガスおよび場合によっては水蒸気と
共に、気体状のシクロヘキサノンオキシムを流動
触媒床中に導入して、オキシムを250～400
℃の温度においてε-カプロラクタムに転位せし
める。不純なオキシムまたはオキシム蒸留残分は、
気相に転換させることができないために、この方
法において使用することができない。

本発明は酸化ホウ素を含有する流動床触媒の存

在においての気相における転位によるシクロヘキサノンオキシムからの ϵ -カプロラクタムの製造のための方法を提供し、この方法においてシクロヘキサノンオキシムの蒸留からの残分を液状で反応中に導入し、且つここでそれらの量の5~500倍の気体状態のシクロヘキサノンオキシムおよびそれらの量の少なくとも50倍の不活性ガスを反応の間に存在せしめることを特徴としている。

これらの条件を維持するならば、シクロヘキサノンオキシム蒸留残分を、反応器中に「ケーキング」且つ取得する ϵ -カプロラクタムの量の」の生成のおそれなしに、何らの低下なしに、 ϵ -カプロラクタムへと共転位せしめることができる。

シクロヘキサノンオキシム蒸留残分と純粋なシクロヘキサノンオキシムの間の主な相違は色の点である。残分は暗褐色ないし黒色であるのに対して、純シクロヘキサノンオキシムは無色ないし淡黄色である。

- 8 -

実施例

5%の水を伴う1680 kg/時重量部のシクロヘキサノンオキシムの蒸留によつて取得した、120 g/時重量部のオキシム残分を、ノズルを通じて、流動床反応器の下部に噴霧した。流動床反応器は、86,000重量部の活性炭および5751重量部の氯化したオキシムによつて流動状態に保つた52,000重量部のホウ酸含有触媒を含有していた。反応器中の温度は約880℃に保つた。

氯化したオキシム対残分オキシムの比は48であり、一方、不活性ガス対残分オキシムの比は800であつた。

気相で反応器から出る反応生成物を凝縮させた。使用したシクロヘキサノンオキシムに基づく転化率は99%に達し、且つ収率は96%であつた。触媒は部分的に時々取出して、空気によつて再生させた。

- 4 -

第1頁の続き

②発明者 クラウス・スタルケ
ドイツ連邦共和国デー415クレ
フエルト・フランツーストール
ベルクーストラツセ20